

OSP 14384-05
P/2850-79

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日
Date of Application:

2002年 7月 5日

出願番号
Application Number:

特願2002-197970

[ST.10/C]:

[JP2002-197970]

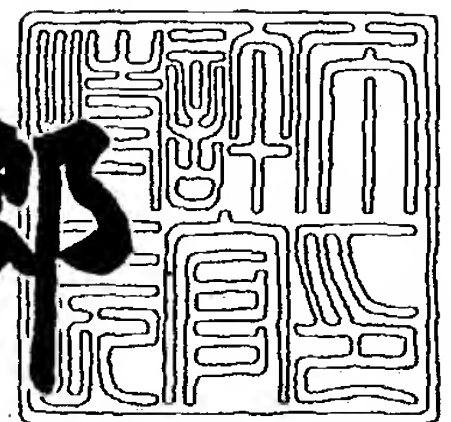
出願人
Applicant(s):

住友大阪セメント株式会社

2003年 6月 3日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3043044

【書類名】 特許願

【整理番号】 J96366A1

【提出日】 平成14年 7月 5日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 H02N 13/00
H01L 21/68
C04B 35/582

【発明の名称】 電極内蔵型サセプタ及びその製造方法

【請求項の数】 7

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区六番町 6 番地 2 8 住友大阪セメント株式会社内

【氏名】 大塚 剛史

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区六番町 6 番地 2 8 住友大阪セメント株式会社内

【氏名】 遠藤 和則

【特許出願人】

【識別番号】 000183266

【氏名又は名称】 住友大阪セメント株式会社

【代理人】

【識別番号】 100064908

【弁理士】

【氏名又は名称】 志賀 正武

【選任した代理人】

【識別番号】 100108578

【弁理士】

【氏名又は名称】 高橋 詔男

【選任した代理人】

【識別番号】 100089037

【弁理士】

【氏名又は名称】 渡邊 隆

【選任した代理人】

【識別番号】 100101465

【弁理士】

【氏名又は名称】 青山 正和

【選任した代理人】

【識別番号】 100094400

【弁理士】

【氏名又は名称】 鈴木 三義

【選任した代理人】

【識別番号】 100107836

【弁理士】

【氏名又は名称】 西 和哉

【選任した代理人】

【識別番号】 100108453

【弁理士】

【氏名又は名称】 村山 靖彦

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 008707

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9704981

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 電極内蔵型サセプタ及びその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 一主面が板状試料を載置する載置面とされた窒化アルミニウム基焼結体からなるサセプタ基体と、このサセプタ基体に内蔵された内部電極と、前記サセプタ基体内に設けられて前記内部電極に接合された給電用端子とを備えた電極内蔵型サセプタであって、

前記給電用端子は、導電性の窒化アルミニウム－窒化タンタル複合焼結体からなることを特徴とする電極内蔵型サセプタ。

【請求項 2】 前記サセプタ基体は、一主面が板状試料を載置する載置面とされた窒化アルミニウム基焼結体からなる載置板と、該載置板に接合され一体化された窒化アルミニウム基焼結体からなる支持板とを備えていることを特徴とする請求項 1 記載の電極内蔵型サセプタ。

【請求項 3】 前記内部電極は、導電性の窒化アルミニウム－窒化タンタル複合焼結体、または導電性の窒化アルミニウム－タングステン複合焼結体からなることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の電極内蔵型サセプタ。

【請求項 4】 前記窒化アルミニウム－窒化タンタル複合焼結体は、50～98重量%の窒化タンタルを含有することを特徴とする請求項 1、2 または 3 記載の電極内蔵型サセプタ。

【請求項 5】 前記窒化アルミニウム－タングステン複合焼結体は、58～80重量%のタングステンを含有することを特徴とする請求項 3 記載の電極内蔵型サセプタ。

【請求項 6】 板状試料が載置される載置板及び該載置板を支持する支持板を窒化アルミニウム基焼結体を用いて作製し、

次いで、該支持板に貫通孔を形成し、この貫通孔に導電性の窒化アルミニウム－窒化タンタル複合焼結体からなる給電用端子を挿入して固定し、

次いで、前記支持板の一主面に、該給電用端子に接触するように導電性粉末を含有する塗布材を塗布し、

次いで、前記支持板に該塗布材を介して前記載置板を重ね合わせ、加圧下にて

熱処理することにより、この支持板と載置板との間に、前記塗布材を焼成してなる内部電極を形成するとともに、これらを接合し一体化することを特徴とする電極内蔵型サセプタの製造方法。

【請求項 7】 窒化アルミニウム基粉末を含むスラリーにより、板状試料を載置するための載置板用グリーン体及び該載置板を支持するための支持板用グリーン体を作製し、

次いで、前記支持板用グリーン体に貫通孔を形成し、この貫通孔に、給電用端子となる窒化アルミニウム-窒化タンタル複合材を充填し、前記支持板用グリーン体の一主面に、この複合材に接触するように導電性粉末を含有する塗布材を塗布し、

次いで、前記支持板用グリーン体に該塗布材を介して前記載置板用グリーン体を重ね合わせ、加圧下にて熱処理することにより、窒化アルミニウム基焼結体からなる支持板と載置板との間に、前記塗布材を焼成してなる内部電極を形成するとともに、これらを接合し一体化することを特徴とする電極内蔵型サセプタの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、電極内蔵型サセプタ及びその製造方法に関し、特に、高温下の酸化性雰囲気下での耐久性に優れた電極内蔵型サセプタ、及び該電極内蔵型サセプタを歩留まりよく廉価に製造することが可能な電極内蔵型サセプタの製造方法に関するものである。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

近年、IC、LSI、VLSI等の半導体装置の製造工程をはじめ、液晶ディスプレイ（LCD）やプラズマディスプレイ（PDP）等の表示装置の製造工程、ハイブリッドIC等の組み立て工程等においては、エッチング工程、成膜工程等をウェハ毎、あるいは基板毎に均一に行うため、半導体ウェハ、液晶用ガラス基板、プリント基板等の板状試料を、1枚ずつ処理する枚葉化がすすんでいる。

この枚葉化プロセスにおいては、板状試料を1枚ずつ処理室内にて保持するために、この板状試料をサセプタと称される試料台（台座）に載置し、所定の処理を施している。

【0003】

このサセプタは、プラズマ中での使用に耐え、かつ高温での使用に耐え得る必要があることから、耐プラズマ性に優れ、熱伝導率が高いことが要求される。

このようなサセプタとしては、耐プラズマ性、熱伝導性に優れた窒化アルミニウム基焼結体からなるサセプタが使用されている。

このようなサセプタには、その内部に電荷を発生させて静電吸着力で板状試料を固定するための静電チャック用電極、通電発熱させて板状試料を加熱するためのヒータ電極、高周波電力を通電してプラズマを発生させてプラズマ処理するためのプラズマ発生用電極等の内部電極を配設したものである。

【0004】

図5は、このような内部電極が内蔵された電極内蔵型サセプタの一例を示す断面図であり、この電極内蔵型サセプタ1は、上面が板状試料を載置する載置面2aとされ窒化アルミニウム基焼結体からなる載置板2と、この載置板2に接合され一体化された窒化アルミニウム基焼結体からなる支持板3と、これら載置板2と支持板3との間に設けられた内部電極4と、この内部電極4に接するように前記支持板3の固定孔5内に設けられた給電用端子6、6とにより構成されている。

この給電用端子6は、導電性の窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体により構成されている。

【0005】

このような構成の電極内蔵型サセプタ1を製造するには、まず、窒化アルミニウム基焼結体からなる支持板3にその厚み方向に貫通する固定孔5、5を形成し、この固定孔5、5に導電性の窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体からなる給電用端子6、6を固定する。次いで、この支持板3上に、給電用端子6、6に接するように導電性粉末を含有する塗布材7を塗布して、乾燥させ、次いで、この塗布材7の塗布面を介して支持板3と窒化アルミニウム基焼結体からなる

載置板 2 とを重ね合わせ、加圧下にて熱処理することにより、これらを接合し一体化すると共に、支持板 3 と載置板 2 との間に前記塗布材 7 が焼結された導電性焼結体の内部電極 4 を形成する。

この電極内蔵型サセプタ 1 は、給電用端子 6 が内部電極 4 と確実かつ強固に接合されているために、通電確実性が極めて高いものである。

【 0 0 0 6 】

【発明が解決しようとする課題】

ところで、上述した電極内蔵型サセプタ 1 にあっては、給電用端子 6 の耐酸化性が十分でないために、例えば 4 0 0 ℃ 以上の高温酸化性雰囲気下における昇温、降温の熱サイクル負荷に対して耐久性が低下するという問題点があった。

そこで、給電用端子 6 の周辺を冷却することが考えられているが、この給電用端子 6 の周辺を冷却すると、板状試料を所定温度に加熱する際の昇温速度が低下すると共に、板状試料の均熱性が低下するという新たな問題点が生じることとなる。

【 0 0 0 7 】

本発明は、上記の課題を解決するためになされたものであって、高温下の酸化性雰囲気下での耐久性に優れた電極内蔵型サセプタ、及び該電極内蔵型サセプタを歩留まりよく廉価に得ることができる電極内蔵型サセプタの製造方法を提供することを目的とする。

【 0 0 0 8 】

【課題を解決するための手段】

本発明者等は、鋭意検討した結果、導電性材料により特定構造の給電用端子を構成することにより、上記課題を効率よく解決し得ることを知見し、本発明を完成するに至った。

【 0 0 0 9 】

すなわち、本発明の電極内蔵型サセプタは、一主面が板状試料を載置する載置面とされた窒化アルミニウム基焼結体からなるサセプタ基体と、このサセプタ基体に内蔵された内部電極と、前記サセプタ基体内に設けられて前記内部電極に接合された給電用端子とを備えた電極内蔵型サセプタであって、前記給電用端子は

、導電性の窒化アルミニウム－窒化タンタル複合焼結体からなることを特徴とする。

【 0 0 1 0 】

この電極内蔵型サセプタにおいては、前記給電用端子を、導電性の窒化アルミニウム－窒化タンタル複合焼結体により構成したことにより、この給電用端子は前記内部電極と確実、強固に接合されて通電確実性が極めて高いものとなり、例えば 5 0 0 ℃ 以上の高温酸化性雰囲気下での耐久性が優れたものとなる。

【 0 0 1 1 】

したがって、前記給電用端子の周辺を冷却する必要がなく、載置された板状試料を所定の温度に加熱する際においても昇温速度が低下する虞もなく、板状試料の均熱性が低下する虞もない。

なお、本発明では、窒化アルミニウム基焼結体とは、窒化アルミニウム焼結体、または窒化アルミニウムを 5 0 重量%以上含む複合焼結体を指すものとする。

【 0 0 1 2 】

前記サセプタ基体は、一主面が板状試料を載置する載置面とされた窒化アルミニウム基焼結体からなる載置板と、該載置板に接合され一体化された窒化アルミニウム基焼結体からなる支持板とを備えた構成とすることが好ましい。

このような構成とすることにより、内部電極をサセプタ基体内の所望の位置に容易に配設することが可能となる。また、給電用端子と内部電極とを確実、強固に接続することが可能となるから、通電確実性をさらに改善することが可能になる。

【 0 0 1 3 】

前記内部電極は、導電性の窒化アルミニウム－窒化タンタル複合焼結体、または、導電性の窒化アルミニウム－タングステン複合焼結体であることが好ましい。

前記窒化アルミニウム－窒化タンタル複合焼結体は、5 0 ～ 9 8 重量%の窒化タンタルを含有するものであることが好ましい。

前記窒化アルミニウム－タングステン複合焼結体は、5 8 ～ 8 0 重量%のタングステンを含有するものであることが好ましい。

【 0 0 1 4 】

前記窒化アルミニウム－窒化タンタル複合焼結体、または、前記窒化アルミニウム－タングステン複合焼結体の組成を上記のように制御することにより、製造時における各部材間の熱膨張率の違い等に起因する熱応力が緩和される。また、この給電用端子は前記内部電極と確実、強固に接合され、通電確実性がより一層改善されることとなる。

【 0 0 1 5 】

また、本発明の電極内蔵型サセプタの製造方法は、板状試料が載置される載置板及び該載置板を支持する支持板を窒化アルミニウム基焼結体を用いて作製し、次いで、該支持板に貫通孔を形成し、この貫通孔に導電性の窒化アルミニウム－窒化タンタル複合焼結体からなる給電用端子を挿入して固定し、次いで、前記支持板の一主面に、該給電用端子に接触するように導電性粉末を含有する塗布材を塗布し、次いで、前記支持板に該塗布材を介して前記載置板を重ね合わせ、加圧下にて熱処理することにより、この支持板と載置板との間に、前記塗布材を焼成してなる内部電極を形成するとともに、これらを接合し一体化することを特徴とする。

【 0 0 1 6 】

この電極内蔵型サセプタの製造方法においては、給電用端子を、サセプタ基体に内蔵された内部電極に確実に電氣的に接続することが可能になり、また、高温における耐酸化性も優れたものとなる。

これにより、高温酸化性雰囲気下での使用に十分耐え得る、耐久性に優れた電極内蔵型サセプタを歩留まりよく廉価に製造することができる。

【 0 0 1 7 】

また、本発明の他の電極内蔵型サセプタの製造方法は、窒化アルミニウム基粉末を含むスラリーにより、板状試料を載置するための載置板用グリーン体及び該載置板を支持するための支持板用グリーン体を作製し、次いで、前記支持板用グリーン体に貫通孔を形成し、この貫通孔に、給電用端子となる窒化アルミニウム－窒化タンタル複合材を充填し、前記支持板用グリーン体の一主面に、この複合材に接触するように導電性粉末を含有する塗布材を塗布し、次いで、前記支持板

用グリーン体に該塗布材を介して前記載置板用グリーン体を重ね合わせ、加圧下にて熱処理することにより、窒化アルミニウム基焼結体からなる支持板と載置板との間に、前記塗布材を焼成してなる内部電極を形成するとともに、これらを接合し一体化することを特徴とする。

【 0 0 1 8 】

この電極内蔵型サセプタの製造方法においては、載置板用グリーン体、支持板用グリーン体、内部電極形成用塗布材及び窒化アルミニウム－窒化タンタル複合材を加圧下にて一括して熱処理することにより、内部電極と給電用端子とを確実に電氣的に接続することが可能になり、また、高温における耐酸化性も優れたものとなる。

これにより、高温酸化性雰囲気下での使用に十分耐え得る、耐久性に優れた電極内蔵型サセプタを歩留まりよく廉価に製造することができる。

【 0 0 1 9 】

【発明の実施の形態】

本発明の電極内蔵型サセプタ及びその製造方法の各実施の形態について説明する。

なお、以下の各実施の形態は、発明の趣旨をより良く理解させるために具体的に説明するものであり、特に指定のない限り、本発明を限定するものではない。

【 0 0 2 0 】

〔第 1 の実施形態〕

図 1 は、本発明の第 1 の実施形態の電極内蔵型サセプタを示す断面図であり、この電極内蔵型サセプタ 1 1 は、上面（一主面）が半導体ウエハ、液晶用ガラス基板、プリント基板等の板状試料を載置するための載置面 1 2 a とされた載置板 1 2 と、この載置板 1 2 に接合されて一体化されかつ所定位置に厚み方向に貫通する固定孔（貫通孔） 1 3、1 3 が形成された支持板 1 4 と、この載置板 1 2 と支持板 1 4 とにより挟持されて接合・一体化された内部電極 1 5 と、前記支持板 1 4 の固定孔 1 3、1 3 各々に設けられて前記内部電極 1 5 に接合される給電用端子 1 6、1 6 とにより構成されている。

そして、これら載置板 1 2 及び支持板 1 4 は、内部電極 1 5 を介して接合・一

体化されることによりサセプタ基体 1 7 とされている。

【 0 0 2 1 】

載置板 1 2 および支持板 1 4 は、その重ね合わせ面の形状が同一とされ、ともに窒化アルミニウム (A l N) 基焼結体からなるものである。この窒化アルミニウム基焼結体としては、特に限定されるものではないが、例えば、窒化アルミニウムを少なくとも 5 0 重量%含むものが好適である。この窒化アルミニウム基焼結体の具体例としては、焼結性や耐プラズマ性を向上させるために酸化イットリウム (Y_2O_3)、酸化ランタン (La_2O_3)、酸化カルシウム (C a O)、酸化マグネシウム (M g O)、炭化珪素 (S i C)、酸化チタン (TiO_2) から選択された 1 種または 2 種以上を合計で 0. 1 ~ 1 0. 0 重量%含有する窒化アルミニウム焼結体、炭化珪素を 5 0 重量%未満含有する窒化アルミニウム-炭化珪素複合焼結体等がある。

【 0 0 2 2 】

内部電極 1 5 は、電荷を発生させて静電吸着力で板状試料を固定するための静電チャック用電極、通電発熱させて板状試料を加熱するためのヒータ電極、高周波電力を通電することでプラズマを発生させてプラズマ処理するためのプラズマ発生用電極等として用いられるもので、その用途によって、その形状や大きさが適宜変更可能とされている。

この内部電極 1 5 の材質は、特に制限されるものではないが、例えば、導電性を有する窒化アルミニウム-窒化タンタル複合焼結体、あるいは、導電性を有する窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体等が好適に用いられる。

【 0 0 2 3 】

上記の窒化アルミニウム-窒化タンタル複合焼結体としては、窒化タンタルの含有量を 5 0 ~ 9 8 重量%とし、残部を窒化アルミニウムとした複合焼結体が望ましい。ここで、窒化タンタルの含有量を 5 0 ~ 9 8 重量%としたのは、含有量が 5 0 重量%未満では、内部電極 1 5 の抵抗値が高くなるため、内部電極 1 5 として機能しなくなるからであり、また、含有量が 9 8 重量%を超えると、内部電極 1 5 の熱膨張率が、載置板 1 2 及び支持板 1 4 を構成する窒化アルミニウム基焼結体のそれと大きく異なることとなり、後工程の加圧熱処理により熱応力破壊

する虞が生じるからである。

【 0 0 2 4 】

また、上記の窒化アルミニウム－タングステン複合焼結体としては、タングステンの含有量を 5 8 ～ 8 0 重量%とし、残部を窒化アルミニウムとした複合焼結体が望ましい。ここで、タングステンの含有量を 5. 8 ～ 8. 0 重量%としたのは、含有量が 5. 8 重量%未満では、内部電極 1 5 の抵抗値が高くなるため、内部電極 1 5 として機能しなくなるからであり、また、含有量が 8. 0 重量%を超えると、内部電極 1 5 の熱膨張率が、載置板 1 2 及び支持板 1 4 を構成する窒化アルミニウム基焼結体のそれと大きく異なることとなり、後工程の加圧熱処理により熱応力破壊する虞が生じるからである。

【 0 0 2 5 】

給電用端子 1 6、1 6 は、内部電極 1 5 に外部から電流を供給するために設けられたもので、その数、形状、配置等は、内部電極 1 5 の態様、即ち、静電チャック用電極、ヒータ電極、プラズマ発生電極等のいずれのタイプの内部電極とするかにより決定される。

これらの給電用端子 1 6、1 6 は、上記の内部電極 1 5 に接合され、導電性を有する窒化アルミニウム－窒化タンタル複合焼結体により構成されている。したがって、この電極内蔵型サセプタ 1 1 は高温酸化性雰囲気下での耐久性に優れたものとなっている。

【 0 0 2 6 】

これらの給電用端子 1 6、1 6 は、窒化アルミニウム粉末と窒化タンタル粉末を混合した混合粉末を加圧焼成して得られた導電性の窒化アルミニウム－窒化タンタル複合焼結体により構成されている。ここで、上記混合粉末の各成分の含有率は、窒化タンタル粉末の含有率を 5 0 ～ 9 8 重量%としたものが望ましい。

窒化アルミニウム－窒化タンタル複合焼結体の組成をこのように制御することにより、サセプタ製造時における各部材間の熱膨張率の違い等に起因する熱応力が緩和される。これにより、給電用端子 1 6 が内部電極 1 5 と確実、強固に接続されることとなり、通電確実性がより一層改善される。

【 0 0 2 7 】

これらの給電用端子 1 6、1 6 は、直径が 2 mm ~ 1 0 mm の柱状体であることが好ましい。その理由は、給電用端子 1 6 の直径を 2 mm 以下とすると、給電用端子として十分な低抵抗値を有したものとならず、しかも通電した場合に発熱する虞があり、好ましくないからである。また、給電用端子 1 6 の直径が 1 0 mm を超えると、支持板 1 4 と給電用端子 1 6 との間の熱膨張率の違いにより、製造時に給電用端子 1 6、または支持板 1 4、あるいはこれら双方が破損する虞があるため、好ましくないからである。

【 0 0 2 8 】

次に、本実施形態の電極内蔵型サセプタの製造方法について、図 2 及び図 3 に基づき説明する。

まず、図 2 (a) に示すように、円板状の窒化アルミニウム基焼結体からなる支持板 1 4 に給電用端子 1 6、1 6 を組み込み保持するための固定孔（貫通孔）1 3、1 3 を形成する。この固定孔 1 3、1 3 の穿設方法は、特に制限されるものではないが、例えば、ダイヤモンドドリルによる孔あけ加工法、レーザ加工法、放電加工法、超音波加工法等を用いて穿設することができる。また、その加工精度は、通常の加工精度でよく、その場合の歩留まりは略 1 0 0 % である。なお、固定孔 1 3、1 3 の穿設位置、形状および数は、内部電極 1 5 の態様、すなわち形状、配置及び数により決定される。

【 0 0 2 9 】

次いで、給電用端子 1 6、1 6 を、支持体 1 4 の固定孔 1 3 に密着固定し得る大きさ、形状となるように作製する。

この給電用端子 1 6 は、窒化アルミニウム粉末と窒化タンタル粉末とを混合し、この混合粉末を加圧焼成することにより作製することができる。

この混合粉末の各々の成分の含有率は、例えば、窒化タンタル粉末の含有率が 5 0 ~ 9 8 重量%、残部が窒化アルミニウム粉末となるようにしたものが好ましい。

【 0 0 3 0 】

その理由は、窒化タンタル粉末の含有率が 5 0 重量%未満では、給電用端子 1 6 の抵抗値が高くなり、給電用端子として機能しなくなるからであり、また、9

8重量%を超えると、給電用端子16の熱膨張率が、載置板12及び支持板14を構成する窒化アルミニウム基焼結体のそれと大きく異なるため、後工程の加圧熱処理により熱応力破壊を引き起こす虞が生じるからである。

【0031】

この給電用端子16は、後の加圧熱処理工程で熱変形して固定孔13に固定されるので、その加工精度としては、日本工業規格（JIS）の標準公差レベルでクリアランスをもっていてよい。

次いで、図2（b）に示すように、この給電用端子16、16を、支持体14の固定孔13、13に嵌め込む。

【0032】

次いで、この支持板14の表面（一主面）14aの所定領域に、これら給電用端子16、16に接触するように、導電性粉末、例えば、導電性の窒化アルミニウム-窒化タンタル複合材料、または導電性の窒化アルミニウム-タンゲステン複合材料をエチルアルコール等の有機溶媒に分散した内部電極形成用塗布剤22を塗布し、乾燥して、内部電極形成層23とする。

この内部電極形成用塗布剤22の塗布方法としては、均一な厚さに塗布する必要があることから、スクリーン印刷法等を用いることが望ましい。

【0033】

上記の窒化アルミニウム-窒化タンタル複合材料は、窒化アルミニウム粉末と窒化タンタル粉末を、それぞれが所定の含有率となるように量り採り、これらを混合することで得られる混合粉末であり、窒化タンタル粉末の含有率が50～98重量%となるように配合したものをを用いることが好ましい。

【0034】

ここで、窒化タンタル粉末の含有率を上記のように限定した理由は、含有率が50重量%未満では、内部電極15の抵抗値が高くなり、内部電極15として機能しなくなるからであり、また、含有率が98重量%を超えると、内部電極15の熱膨張率が、載置板12及び支持板14を構成する窒化アルミニウム基焼結体のそれと大きく異なるため、後工程の加圧下での熱処理により熱応力破壊が生じる虞があるからである。

【0035】

また、上記の窒化アルミニウム-タングステン複合材料は、窒化アルミニウム粉末とタングステン粉末を、それぞれが所定の含有率となるように量り採り、これらを混合することで得られる混合粉末であり、タングステン粉末の含有率が58～80重量%となるように配合したものをを用いることが好ましい。

【0036】

ここで、タングステン粉末の含有率を上記のように限定した理由は、含有率が58重量%未満では、内部電極15の抵抗値が高くなり、内部電極15として機能しなくなるからであり、また、含有率が80重量%を超えると、内部電極15の熱膨張率が、載置板12及び支持板14を構成する窒化アルミニウム基焼結体のそれと大きく異なるため、後工程の加圧下での熱処理により熱応力破壊が生じる虞があるからである。

【0037】

次いで、この内部電極形成層23が形成された支持板14上に載置板12を重ね合わせた後、図2(c)に示すように、これらを加圧下にて熱処理することで、接合し一体化する。

このように、この方法においては、支持板14と載置板12との間に接合剤を介在させることなく、加圧下での熱処理のみで、載置板12と支持板14との接合・一体化を達成することができる。

このときの熱処理条件としては、雰囲気は、真空、もしくはAr、He、N₂等の不活性雰囲気が好ましく、特に、窒化アルミニウムの分解を抑制するためにはN₂雰囲気が望ましい。加圧力は5～10MPaが望ましい。また、熱処理温度は1600～1850℃が望ましい。

【0038】

なお、接合・一体化するに際し、絶縁性、耐腐食性、耐プラズマ性を向上させるために、図3(a)に示すように、支持板14の表面14aの内部電極形成層23以外の領域に、窒化アルミニウムを含む絶縁層24を形成してもよい。この絶縁層24は、例えば、窒化アルミニウム粉末をエチルアルコール等の有機溶媒に分散した塗布剤を、スクリーン印刷法等を用いて支持板14の表面14aの所

定位置に塗布し、乾燥することにより、形成することができる。

【0039】

この熱処理により、支持板14上に形成された内部電極形成層23は、導電性粉末、例えば、窒化アルミニウム粉末と窒化タンタル粉末との混合粉末が焼成された窒化アルミニウム-窒化タンタル複合焼結体、または窒化アルミニウム粉末とタングステン粉末との混合粉末が焼成された窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体からなる内部電極15となる。

【0040】

さらに、図3(b)に示すように、支持板14の表面14aの内部電極形成層23以外の領域に、窒化アルミニウムを含む絶縁層24を形成すれば、これらを熱処理することにより、内部電極15の周囲に窒化アルミニウム焼結体からなる絶縁層24が形成されるので、絶縁性、耐腐食性、耐プラズマ性がさらに向上する。

【0041】

この電極内蔵型サセプタの製造方法では、窒化アルミニウム基焼結体から作製された載置板12及び支持板14を用い、これらを加圧下で熱処理することにより、接合・一体化する方法について説明してきたが、加圧下の熱処理により、載置板12と支持板14を内部電極15を介して接合・一体化する方法であればよく、必ずしも上記の方法に限定されるものではない。

【0042】

上記以外の方法の一例としては、窒化アルミニウム基粉末を含むスラリーから焼成後に載置板及び支持板となる板状のグリーン体を作製し、これらのグリーン体を内部電極形成層を介して重ね合わせ、これらを焼成することで、焼結と同時に接合・一体化された電極内蔵型サセプタを得る方法がある。

この方法にあっては、給電用端子は、既に焼結されたものを使用してもよく、焼結後に給電用端子となるグリーン体を使用してもよい。その他の製造条件は、既焼結体を用いる前者の製造方法に準ずる。

【0043】

また、上記の窒化アルミニウム基粉末としては、窒化アルミニウムを少なくと

も50重量%含むものであればよく、上記に限定されるものではない。

上記以外の窒化アルミニウム基粉末としては、例えば、焼結性や耐プラズマ性を向上させるために酸化イットリウム (Y_2O_3)、酸化ランタン (La_2O_3)、酸化カルシウム (CaO)、酸化マグネシウム (MgO)、炭化珪素 (SiC)、酸化チタン (TiO_2) から選択された1種または2種以上を合計で0.1~10.0重量%含有する窒化アルミニウム粉末、炭化珪素を50重量%未満含有する窒化アルミニウム-炭化珪素複合粉末、等を例示することができる。

【0044】

以上説明したように、本実施形態の電極内蔵型サセプタによれば、給電用端子16、16を、導電性を有する窒化アルミニウム-窒化タンタル複合焼結体により構成したので、給電用端子16、16を内部電極15と确实、強固に接合することができ、通電确实性を極めて高いものとすることができ、その結果、高温酸化性雰囲気下での耐久性を向上させることができる。

【0045】

また、本実施形態の電極内蔵型サセプタの製造方法によれば、窒化アルミニウム基焼結体からなる支持板14にその厚み方向に貫通する固定孔13、13を形成し、これら固定孔13、13に給電用端子16、16を取り付けた後、この支持板14と載置板12を内部電極形成層22を介して重ね合わせ、これらを加圧下で熱処理することにより、特別な後加工を施すことなく、しかも、歩留まりよく廉価に電極内蔵型サセプタ11を作製することができる。

【0046】

また、内部電極15と給電用端子16との接続も、确实に行うことができる。

さらに、導電性の窒化アルミニウム-窒化タンタル複合焼結体として、窒化タンタルを50~98重量%含有するもの、または導電性の窒化アルミニウム-タングステン複合焼結体として、タングステンを58~80重量%含有するものを用いれば、載置板12及び支持板14各々の熱膨張率やヤング率との差異を小さくすることができる。したがって、これらの違いにより電極内蔵型サセプタ11に熱応力破壊が生じるおそれもない。

以上により、内部電極15に确实に通電可能な電極内蔵型サセプタ11を、歩

留まりよく廉価に製造することができる。

【 0 0 4 7 】

[第 2 の実施形態]

図 4 は、本発明の第 2 の実施形態の電極内蔵型サセプタを示す断面図であり、この電極内蔵型サセプタ 3 1 が第 1 の実施形態の電極内蔵型サセプタ 1 1 と異なる点は、第 1 の実施形態の電極内蔵型サセプタ 1 1 では、給電用端子 1 6、1 6 それぞれの端面が外部に対して露出した構成であるのに対し、本実施形態の電極内蔵型サセプタ 3 1 では、内部電極 1 5 に通電するために、給電用端子 1 6、1 6 それぞれの端面に、導電性のコパール合金からなる取り出し電極 3 2、3 2 を、Au（金）系ロウ材を含む接合層 3 3、3 3 を介して接合した点である。

【 0 0 4 8 】

給電用端子 1 6、1 6 それぞれの端面に、取り出し電極 3 2、3 2 を Au 系ロウ材を含む接合層 3 3、3 3 を用いて接合すれば、接合部分の耐酸化性、耐腐食性が大幅に改善されることとなる。したがって、給電用端子 1 6、1 6 と取り出し電極 3 2、3 2 との接続部分をシールし、この部分にパージガスを流す等して保護する必要がなくなり、給電用端子 1 6、1 6 の周辺部に特別な保護手段を講じることなく、電極内蔵型サセプタを高温酸化性雰囲気下でも使用することができる。また、接合部分には加熱処理される板状試料の汚染源となる成分が含まれていないので好適である。

【 0 0 4 9 】

【実施例】

以下、実施例を挙げ、本発明をさらに詳しく説明する。

（実施例 1）

「給電用端子の作製」

窒化アルミニウム粉末（平均粒径 0.6 μm 、（株）トクヤマ製）30 重量部と、窒化タンタル粉末（平均粒径 3.4 μm 、日本新金属（株）製）70 重量部と、イソプロピルアルコール 100 重量部とを混合し、更に遊星型ボールミルを用いて均一に分散させ、スラリーとした。

次いで、吸引ろ過により、このスラリーからアルコール分を除去し、乾燥して

、窒化アルミニウム－窒化タンタル複合粉末を得た。

【0050】

次いで、この窒化アルミニウム－窒化タンタル複合粉末を成型、焼成し、直径2.5mm、長さ5.0mmの導電性の柱状窒化アルミニウム－窒化タンタル複合焼結体を得、これを給電用端子16とした。焼成は、ホットプレスによる加圧焼成とし、その際の焼成条件は、焼成温度1750℃、圧力20MPaとした。焼成後の窒化アルミニウム－窒化タンタル複合焼結体の相対密度は99%以上であった。

【0051】

「支持板の作製」

上記の窒化アルミニウム粉末9.7重量部と、酸化イットリウム粉末（平均粒径1.4 μ m、日本イットリウム（株）製）3重量部と、イソプロピルアルコール100重量部とを混合し、更に遊星型ボールミルを用いて均一に分散させ、スラリーとした。このスラリーから、上述した「給電用端子の作製」に準じて窒化アルミニウム基粉末を得た。その後、この窒化アルミニウム基粉末を成型、焼成し、直径230mm、厚さ5mmの円板状の窒化アルミニウム基焼結体を得た。焼成条件は「給電用端子の作製」と同様とした。

【0052】

次いで、この窒化アルミニウム基焼結体に、給電用端子16、16を組み込み固定するための固定孔13、13をダイヤモンドドリルによって孔あけ加工することにより穿設し、窒化アルミニウム基焼結体からなる支持板14を得た。

【0053】

「載置板の作製」

上記の「支持板の作製」に準じて、直径230mm、厚さ5mmの円板状の窒化アルミニウム基焼結体を得た。次いで、この円板状の窒化アルミニウム基焼結体の一主面（板状試料の載置面）を平坦度が10 μ m以下となるように研磨し、窒化アルミニウム基焼結体からなる載置板12を得た。

【0054】

「接合一体化」

図3 (a) に示すように、上記の支持板14に穿設された固定孔13、13に上記により得られた給電用端子16、16を押し込み、固定した。次いで、これら給電用端子16、16が組み込まれ固定された支持板14上に、後の加圧下での熱処理工程で内部電極15となるよう、窒化アルミニウム粉末28重量%及び窒化タンタル粉末72重量%を含む窒化アルミニウム-窒化タンタル複合材料からなる内部電極形成用塗布剤22を、スクリーン印刷法にて印刷塗布し、乾燥して、内部電極形成層23とした。

【0055】

さらに、支持板14上の内部電極形成層23以外の領域に、窒化アルミニウム基粉末70重量%、残部がエチルアルコールである塗布液を、スクリーン印刷法にて塗布し、乾燥して、絶縁層24とした。

次いで、図3 (b) に示すように、この内部電極形成層23及び絶縁層24を挟み込むように、また、載置板12の研磨面が上面となるように、支持板14と載置板12とを重ね合わせ、ホットプレスを用いて加圧下にて熱処理し、接合し一体化して、実施例1の電極内蔵型サセプタを作製した。このときの熱処理条件は、温度1700℃、圧力7.5MPaであった。

【0056】

「取り出し電極の取付」

給電用端子16、16の端面に、図4に示す直径が2.5mm、長さが20mmの柱状かつ導電性のコバル合金からなる取り出し電極32、32を、Au系ロウ材を含む接合層33、33を介して接合した。

この取り出し電極32、32の接合方法は次のとおりである。

Au (金) 粉末8.0g、Pd (パラジウム) 粉末1.0g、Ni (ニッケル) 粉末1.0g、Ti (チタン) 粉末0.2gに、 α -テルピオネール3.0gを加え、混合して、接合剤とした。

【0057】

次いで、この接合剤を給電用端子16の端面に塗布し、治具を用いて、この接合剤を介して給電用端子16、16と取り出し電極32、32とを組み付け、その後、組み付けた状態で脱脂装置内に入れて、120℃にて30分間脱脂処理を

施した。次いで、真空雰囲気下、1150℃で10分間熱処理し、給電用端子16、16と取り出し電極32、32とをAu系ろう材を含む接合層33を介して接合した。

【0058】

(実施例2)

公知の技術を用い、実施例1に準じて、焼結後にそれぞれ給電用端子、支持板、載置板となるグリーン体を作製した。また、給電用端子のグリーン体は、支持板用グリーン体に穿孔された固定孔に組み込み固定した。

次いで、実施例1に準じて、支持板用グリーン体上に、内部電極形成層23及び絶縁層24を形成し、これら内部電極形成層23及び絶縁層24を介して支持板用グリーン体と載置板用グリーン体とを重ね合わせ、ホットプレスにより加圧焼成し、各グリーン体からそれに相当する焼結体を得ると同時に、接合し一体化し、実施例2の電極内蔵型サセプタを得た。

【0059】

(実施例3)

実施例1に準じて、実施例3の電極内蔵型サセプタを得た。ただし、給電用端子16、16が組み込まれ固定された支持板14上に、後の加圧下での熱処理工程で内部電極15となるよう、窒化アルミニウム粉末28重量%及びタングステン粉末72重量%を含む窒化アルミニウム-タングステン複合材料からなる塗布剤を、スクリーン印刷法にて塗布し、乾燥して、内部電極形成層23とした。

【0060】

「評価」

実施例1～3の電極内蔵型サセプタの接合断面を走査電子顕微鏡(SEM)を用いて観察したところ、載置板12と、支持板14と、給電用端子16とは、良好に接合されていることが確かめられた。

また、接合された載置板12、支持板14、給電用端子16、16それぞれに亀裂等の発生は無く、内部電極15の剥離も認められなかった。また、給電用端子16、16と内部電極15との間の導通も良好であり、電氣的に確実に接続されていることも確認された。

【0061】

また、実施例1～3の電極内蔵型サセプタに対して、内部電極15に、取り出し電極32、給電用端子16を介して通電することで、大気雰囲気下にて昇温速度20℃/分で所定温度（500℃）まで昇温させ、次いで、この温度（500℃）に10時間保持した後、室温（25℃）まで放冷するという熱サイクルを300回負荷したところ、いずれの温度においても、電極内蔵型サセプタに亀裂等の発生は認められず、高温酸化性雰囲気下での耐久性に優れたものであることが確認された。

【0062】

（比較例）

実施例1に準じて電極内蔵型サセプタを作製した。ただし、給電用端子16、16は、導電性の窒化アルミニウム－タングステン複合焼結体からなるものとした。なお、窒化アルミニウム－タングステン複合焼結体は、窒化アルミニウム粉末：28重量%と、タングステン粉末：72重量%の配合比率を有する混合粉末を、温度1750℃、加圧力20MPaの条件下でホットプレスしたものである。

【0063】

このようにして作製された電極内蔵型サセプタの接合断面をSEMを用いて観察したところ、載置板12と、支持板14と、給電用端子16、16とは良好に接合されていた。また、接合された載置板12、支持板14、給電用端子16、16それぞれに亀裂等の発生は無く、内部電極15の剥離も認められなかった。また、給電用端子16、16と内部電極15との間の導通も良好であり、電氣的に確実に接続されていることも確認された。

しかしながら、この電極内蔵型サセプタを、実施例1～3と同一の条件下で同一の熱サイクルを7回負荷したところ、給電用端子16、16が酸化してしまい、電極内蔵型サセプタが破壊してしまった。

【0064】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明の電極内蔵型サセプタによれば、給電用端子を、

窒化アルミニウム－窒化タンタル複合焼結体により構成したので、給電用端子は内部電極と確実、強固に接合されて通電確実性が極めて高いものとなり、高温酸化性雰囲気下での耐久性も優れたものとなるので、給電用端子の周辺を冷却する必要がない。

【 0 0 6 5 】

また、本発明の電極内蔵型サセプタの製造方法によれば、給電用端子をサセプタ基体に内蔵された内部電極に確実に電氣的に接続することができる。したがって、高温酸化性雰囲気下での使用に十分耐え得る、耐久性に優れた電極内蔵型サセプタを歩留まりよく廉価に製造することができる。

【 0 0 6 6 】

また、本発明の他の電極内蔵型サセプタの製造方法によれば、載置板用グリーン体、支持板用グリーン体、内部電極形成用塗布材、窒化アルミニウム－窒化タンタル複合材を加圧下にて一括して熱処理するので、内部電極と給電用端子とを確実に電氣的に接続することができる。したがって、高温酸化性雰囲気下での使用に十分耐え得る、耐久性に優れた電極内蔵型サセプタを歩留まりよく廉価に製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の第 1 の実施形態の電極内蔵型サセプタを示す断面図である。

【図 2】 本発明の第 1 の実施形態の電極内蔵型サセプタの製造方法を示す過程図である。

【図 3】 本発明の第 1 の実施形態の電極内蔵型サセプタの製造方法の変形例を示す過程図である。

【図 4】 本発明の第 2 の実施形態の電極内蔵型サセプタを示す断面図である。

【図 5】 従来の電極内蔵型サセプタの一例を示す断面図である。

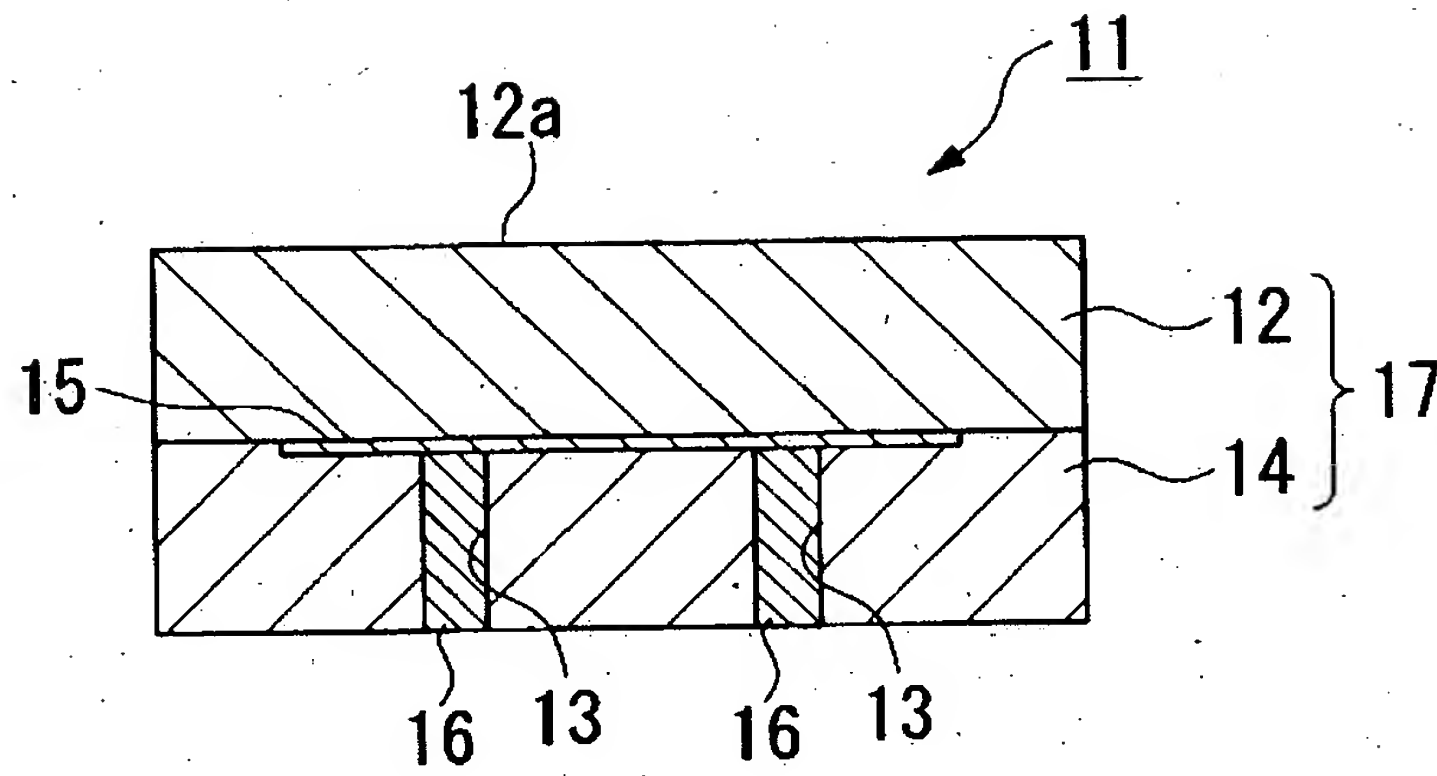
【符号の説明】

- 1 電極内蔵型サセプタ
- 2 載置板

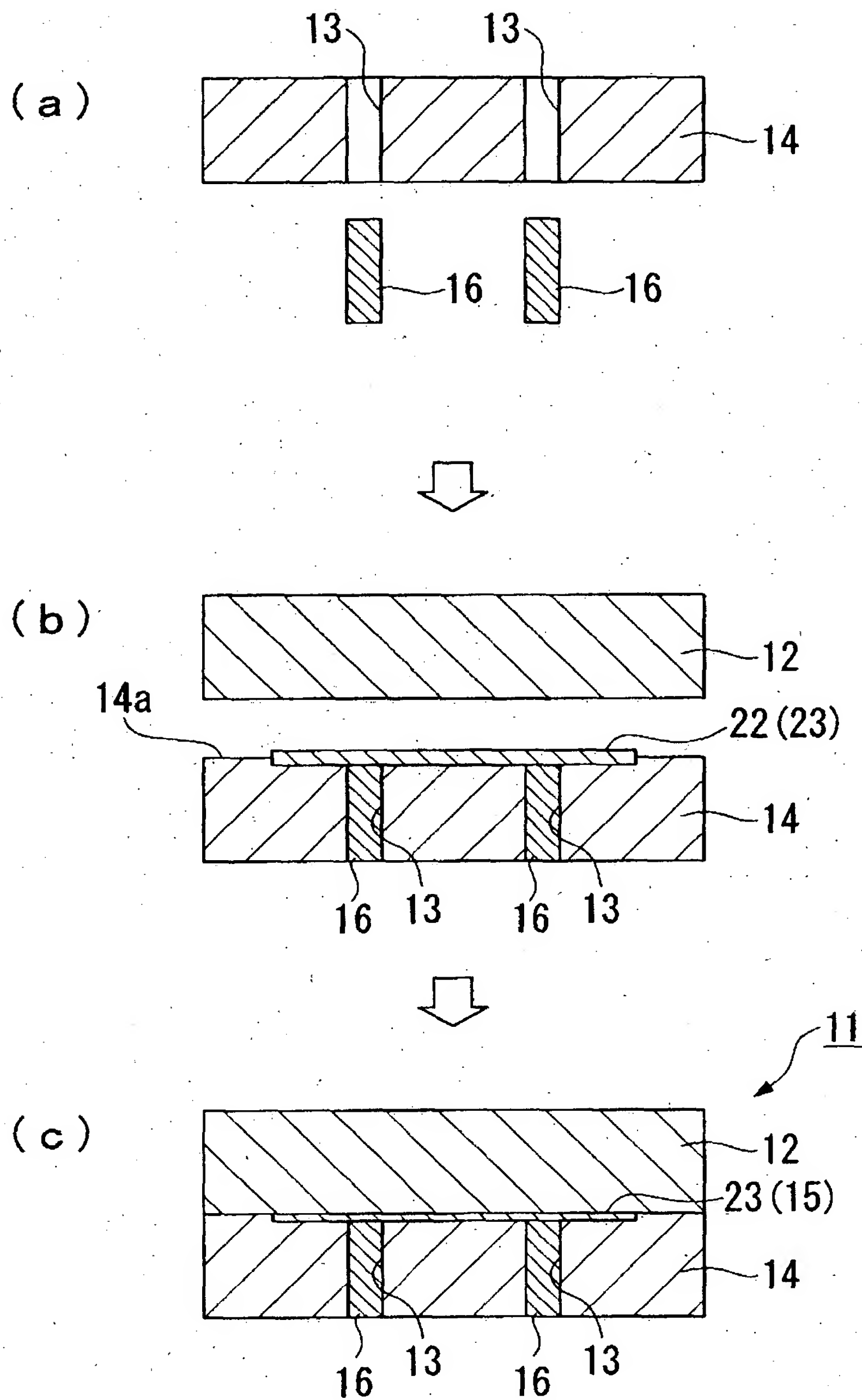
- 2 a 載置面
- 3 支持板
- 4 内部電極
- 5 固定孔
- 6 給電用端子
- 7 塗布材
- 1 1 電極内蔵型サセプタ
- 1 2 載置板
 - 1 2 a 載置面
- 1 3 固定孔（貫通孔）
- 1 4 支持板
 - 1 4 a 表面（一主面）
- 1 5 内部電極
- 1 6 給電用端子
- 1 7 サセプタ基体
- 2 2 内部電極形成用塗布剤
- 2 3 内部電極形成層
- 2 4 絶縁層
- 3 1 電極内蔵型サセプタ
- 3 2 取り出し電極
- 3 3 A u 系ロウ材を含む接合層

【書類名】 図面

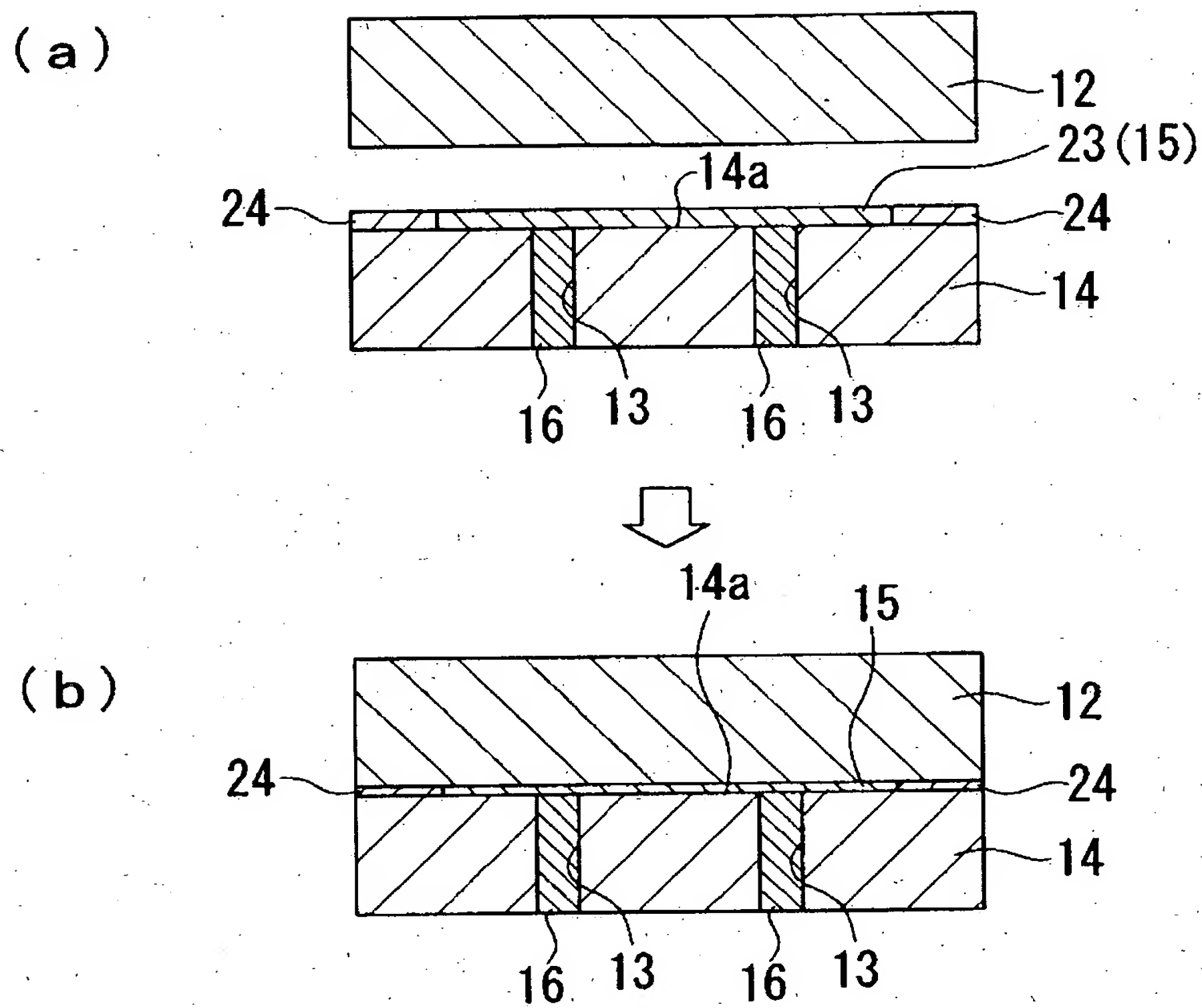
【図 1】



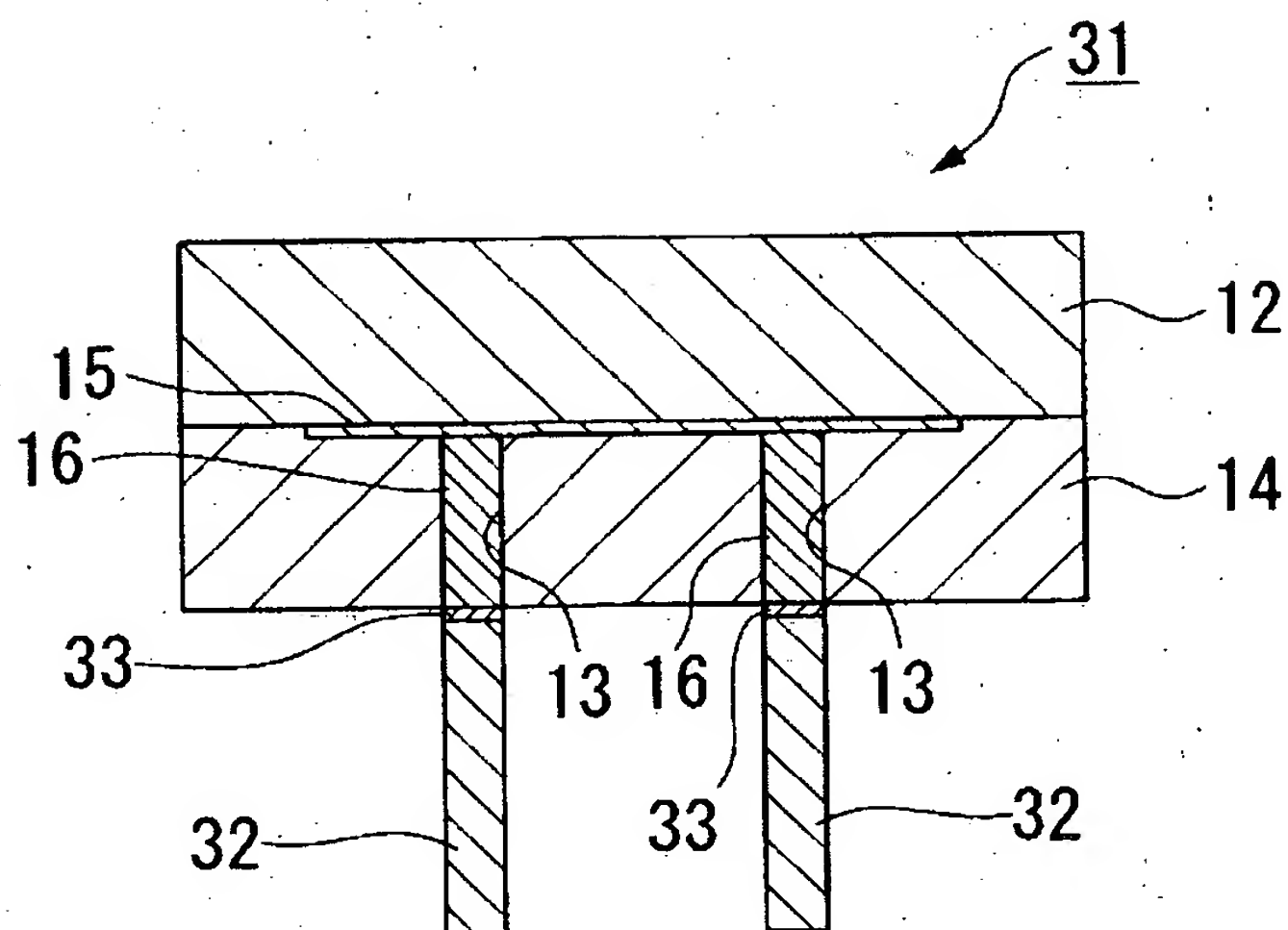
【図 2】



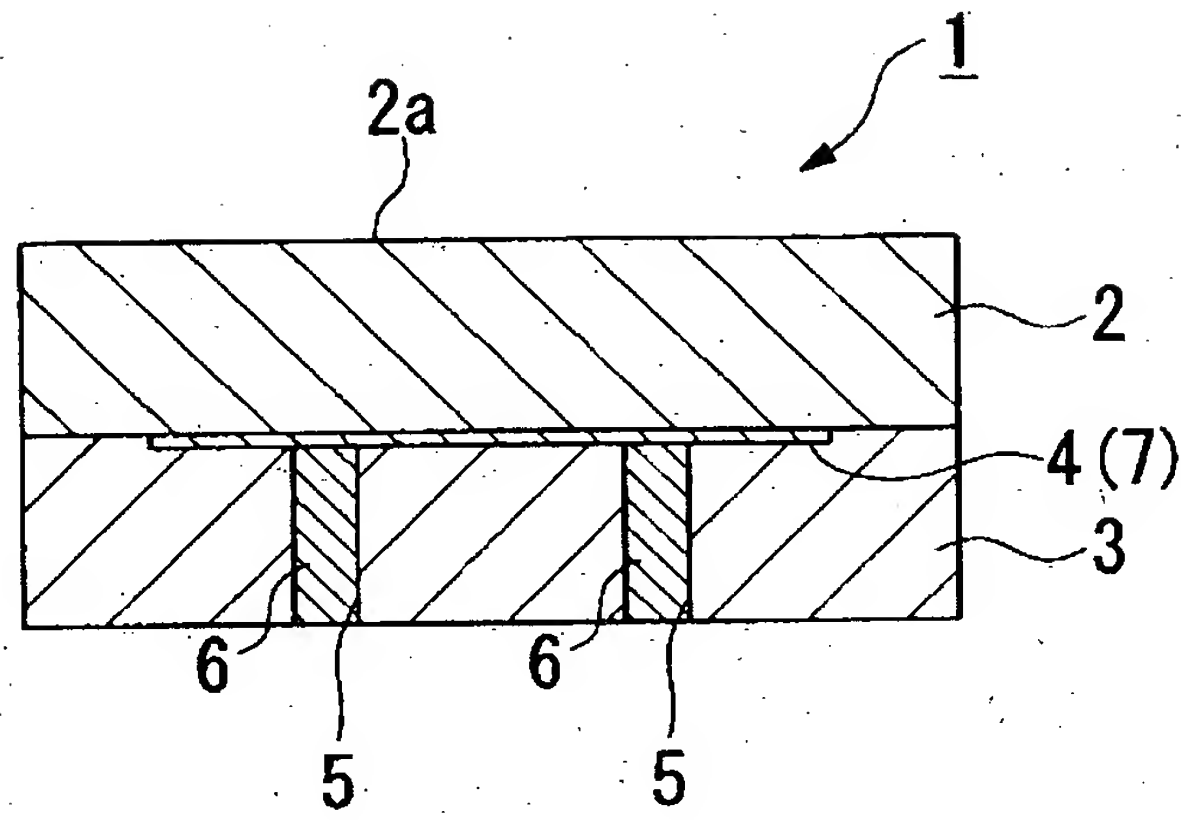
【図 3】



【図 4】



【図 5】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高温下の酸化性雰囲気下での耐久性に優れた電極内蔵型サセプタ、及び該電極内蔵型サセプタを歩留まりよく廉価に得ることができる電極内蔵型サセプタの製造方法を提供する。

【解決手段】 本発明の電極内蔵型サセプタ 1 1 は、窒化アルミニウム基焼結体からなる載置板 1 2 及び支持板 1 4 と、載置板 1 2 と支持板 1 4 との間に形成され導電性の窒化アルミニウム－窒化タンタル複合焼結体または導電性の窒化アルミニウム－タングステン複合焼結体からなる内部電極 1 5 と、支持板 1 4 の固定孔 1 3、1 3 に設けられて内部電極 1 5 に接合される給電用端子 1 6、1 6 とにより構成され、給電用端子 1 6、1 6 は、導電性の窒化アルミニウム－窒化タンタル複合焼結体により構成されていることを特徴とする。

【選択図】 図 1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2002-197970
受付番号	50200992335
書類名	特許願
担当官	第三担当上席 0092
作成日	平成14年 7月 8日

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】	000183266
【住所又は居所】	東京都千代田区六番町 6 番地 2 8
【氏名又は名称】	住友大阪セメント株式会社

【代理人】

申請人

【識別番号】	100064908
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場 3 丁目 2 3 番 3 号 ORビ ル 志賀国際特許事務所

【氏名又は名称】	志賀 正武
----------	-------

【選任した代理人】

【識別番号】	100108578
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場 3 丁目 2 3 番 3 号 ORビ ル 志賀国際特許事務所

【氏名又は名称】	高橋 詔男
----------	-------

【選任した代理人】

【識別番号】	100089037
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場 3 丁目 2 3 番 3 号 ORビ ル 志賀国際特許事務所

【氏名又は名称】	渡邊 隆
----------	------

【選任した代理人】

【識別番号】	100101465
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場 3 丁目 2 3 番 3 号 ORビ ル 志賀国際特許事務所

【氏名又は名称】	青山 正和
----------	-------

【選任した代理人】

【識別番号】	100094400
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場 3 丁目 2 3 番 3 号 ORビ ル 志賀国際特許事務所

次頁有

認定・付加情報（続き）

【氏名又は名称】	鈴木 三義
【選任した代理人】	
【識別番号】	100107836
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	西 和哉
【選任した代理人】	
【識別番号】	100108453
【住所又は居所】	東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビル 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	村山 靖彦

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000183266]

1. 変更年月日 2001年 8月23日
[変更理由] 住所変更
住 所 東京都千代田区六番町6番地28
氏 名 住友大阪セメント株式会社